

JP60-049252A(1985)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **60-049252**

(43)Date of publication of application : **18.03.1985**

(51)Int.Cl.

G01N 23/225

H01J 49/14

(21)Application number : **58-157694**

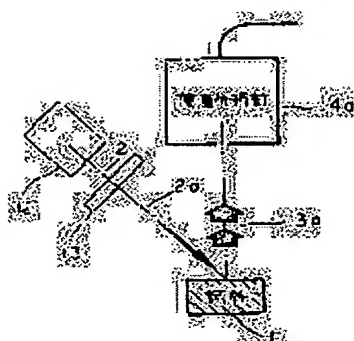
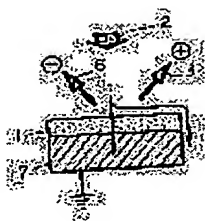
(71)Applicant : **NIPPON TELEGR & TELEPH
CORP <NTT>**

(22)Date of filing : **29.08.1983**

(72)Inventor : **NAGAI KAZUTOSHI
KUWANO HIROKI**

(54) **MASS SPECTROMETER WITH SECONDARY ION**

This Page Blank (uspro)



(57)Abstract:

PURPOSE: To suppress electrification on sample surface and to improve accuracy of mass spectrometry by pulsing primary ion and irradiating a sample with the pulse ions.

CONSTITUTION: When primary ion 2 collides against a sample 1, secondary ion 3 and secondary electron 6 are released. A shutter 13 may be an electrical shutter or mechanical shutter. In other words, any shutter is usable as far as the shutter can convert the continuous primary ion 2 to impulsive primary ion 2a. The pulse width of the primary ion 2a is equal to the open time (t) of the shutter 13 and the open time (t) is so determined that the product of the current (i) flowing in the sample 1 and the time (t) attains a constant or below. If the pulse

interval of the primary ion 2a is taken substantially long, the charge accumulated in the sample 1 is discharged and the surface potential V of the sample 1 is maintained low by which the exact mass spectrometry is accomplished.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

This Page Blank (Copy)

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

This Page Blank (uspro)

MASS SPECTROMETER WITH SECONDARY ION

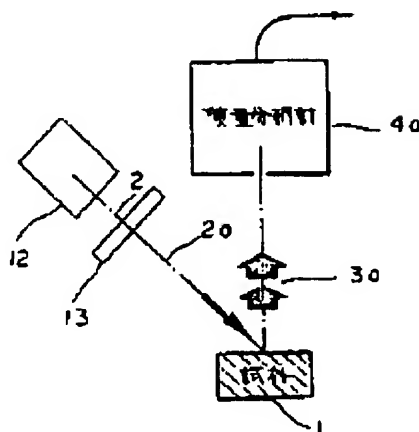
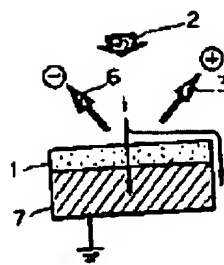
Patent number: JP60049252
Publication date: 1985-03-18
Inventor: NAGAI KAZUTOSHI; KUWANO HIROKI
Applicant: NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE
Classification:
 - International: G01N23/225; H01J49/14
 - european: H01J49/14A
Application number: JP19830157694 19830829
Priority number(s): JP19830157694 19830829

Report a data error here

Abstract of JP60049252

PURPOSE:To suppress electrification on sample surface and to improve accuracy of mass spectrometry by pulsing primary ion and irradiating a sample with the pulse ions.

CONSTITUTION:When primary ion 2 collides against a sample 1, secondary ion 3 and secondary electron 6 are released. A shutter 13 may be an electrical shutter or mechanical shutter. In other words, any shutter is usable as far as the shutter can convert the continuous primary ion 2 to impulsive primary ion 2a. The pulse width of the primary ion 2a is equal to the open time (t) of the shutter 13 and the open time (t) is so determined that the product it of the current (i) flowing in the sample 1 and the time (t) attains a constant or below. If the pulse interval of the primary ion 2a is taken substantially long, the charge accumulated in the sample 1 is discharged and the surface potential V of the sample 1 is maintained low by which the exact mass spectrometry is accomplished.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

This Page Blank (uspto)

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-49252

⑥ Int. Cl.⁴G 01 N 23/225
H 01 J 49/14

識別記号

庁内整理番号

2122-2G
6680-5C

⑬ 公開 昭和60年(1985)3月18日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 二次イオン質量分析計

⑯ 特 願 昭58-157694

⑰ 出 願 昭58(1983)8月29日

⑱ 発 明 者 長 井 一 敏 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑲ 発 明 者 桑 野 博 喜 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑳ 出 願 人 日本電信電話公社

㉑ 代 理 人 弁理士 志賀 正武

明 細 書

1. 発明の名称

二次イオン質量分析計

2. 特許請求の範囲

一次イオン発生手段より出力された一次イオンによつて試料を衝撃し、このときに発生する二次イオンに基づいて質量分析を行う二次イオン質量分析計において、前記一次イオン発生手段より出力された一次イオンをパルス状の一次イオンに変換する変換手段を具備し、前記パルス状の一次イオンによつて前記試料を衝撃することを特徴とする二次イオン質量分析計。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、電気絶縁性の高い材料の組成分析を容易に行うことのできる二次イオン質量分析計に関する。

周知のとおり、固体材料の組成分析には二次イオン質量分析計が常用されている。第1図は、従来形の二次イオン質量分析計の構成を示す概略図

である。図において、1は試料である。試料1は、20K.Vに加速された一次イオン2によつて打たれ、試料1からは二次イオン3が放出される。この二次イオン3は質量分析計4に導入されて質量分析を受け、質量分析計4からは質量スペクトル5が出力される。そして、この質量スペクトル5から二次イオン3の質量と強度を測定し、試料1の組成分析を行う。

ところで、上述した従来の二次イオン質量分析計を使用する場合、試料1が金属または半導体ならば問題はないが、電気絶縁性の高い物質のときには分析が困難になるという欠点があつた。すなわち、試料1は絶縁性であるために、一次イオン2が当たったときに電荷が蓄積され、その表面電位が急速に上昇する。このため、後続の一次イオン2の入射が妨げられるとともに、放出される二次イオン3のエネルギー分布が大きく偏つて、質量分析計4の分析能力をはずれてしまい、分析が不能となる。そこで、従来の二次イオン質量分析計においては、試料1の帯電防止策として、一次イオ

ン 2 と同時に電子線を照射して蓄積された電荷を中和する等の方法を探ってきたが、電子銃からの熱放射および電子衝突による発熱等のために試料 1 が変質し、分析結果に大きな誤差が入ってしまうなどの欠点があった。

この発明は、上記の事情に鑑み、正確な質量分析を行うことのできる二次イオン質量分析計を提供するもので、一次イオンをパルス化して照射することにより、試料の帯電を防止したことを特徴とする。なお、一次イオンのパルス照射にともなつて二次イオンもパルス状に発生するが、これは飛行時間形質量分析計で分析するようにした。

以下、図面を参照して本発明を詳細に説明する。

まず、本発明の原理を説明する。第 2 図(ハ)は、絶縁性試料 1 に一次イオン 2 が入射しているときの概要を示す断面図である。図において、試料 1 に一次イオン 2 が衝突すると、試料 1 からは二次イオン 3 と二次電子 6 が放出され、試料 1 に電流 1 が流れ、試料ホルダ 7 を介してアースに吸収される。この場合、電流 1 は一次イオン 2 と二次電

子 6 の加算電流であるが、一般に前者^(は前者)の $10^{-7} \sim 10^{-6}$ 程度なので、電流 1 は一次イオン 2 の電流とみなしてよい。第 2 図(ハ)は、このときの電気的等価回路を示す図である。図において、8 は試料 1 の表面裏面間の絶縁抵抗 (すなわち試料 1 の表面抵抗とバルク抵抗の合成抵抗; 値 r_2)、9 は試料 1 の表裏間の静電容量 (値 C)、10 は静電容量 9 の直列抵抗分 (値 r_1)、11 は一次イオン照射中オンとなるスイッチである。

この等価回路において、スイッチ 11 のオン/オフは一次イオン 2 の照射開始/照射停止を意味している。今、スイッチ 11 がオン、すなわち一次イオン 2 の照射が開始されると、試料 1 には一定電流 1 が流れ、その表面電位 V は時間 t の経過につれて、

$$V = r_2 I \left(1 - \frac{r_2}{r_1 + r_2} \exp \left(- \frac{t}{C(r_1 + r_2)} \right) \right) \quad \dots (1)$$

のごとく上昇し、最終的には値 $r_2 I$ に漸近する。第 2 図(ハ)は、この関係をグラフに表わしたものである。

次に、スイッチ 11 をオフすなわち、一次イオン 2 の照射を停止すると、試料 1 の表面電荷は第 3 図(ハ)に示す等価回路の抵抗 8、10 を介して放電を開始する。今、一次イオン 2 の照射によつて表面電位 V が V_0 になつた時点で照射を停止したとすれば、以後の表面電位 V は、

$$V = V_0 \exp \left\{ - \frac{t}{C(r_1 + r_2)} \right\} \quad \dots (2)$$

に従つて減ずる。第 3 図(ハ)はこの関係をグラフに表わしたものである。

次に、試料 1 として縦・横が 10 mm 、厚さが 0.5 mm の熔融石英板を用いた場合を例にとつて、表面電位 V の時間的変化を図示したのが第 4 図である。この場合、抵抗 8 の値 $r_2 = 2.5 \text{ T}\Omega (= 2.5 \times 10^{12} \Omega)$ 、静電容量 9 の値 $C = 5 \text{ pF}$ である。また、抵抗 10 の値 r_1 は、絶縁性試料 1 においては値 r_2 より十分に小さく無視することができる。これらの値を(1)式に代入すると、

$$V = 2.5 \times 10^{12} I \left\{ 1 - \exp \left(- \frac{t}{12.5} \right) \right\} \quad \dots (1a)$$

となる。また(2)式に代入すると、

$$V/V_0 = \exp \left(- \frac{t}{12.5} \right) \quad \dots (2a)$$

となる。そして、第 4 図において(1a)式の関係は実線で、(2a)式の関係は点線で示され、(1a)式の V が左縦軸に、(2a)式の V/V_0 が右縦軸に各々示されている。この図からわかるように、電流 1 が $1 \times 10^{-9} \text{ A}$ (1 nA) であつても照射開始 1 秒後には表面電位 V は 200 V にも達してしまうのに対し、 V/V_0 が 10^{-3} まで減少するには、 100 秒近くもの時間を要する。そして、実際の二次イオン質量分析においては、表面電位 V が $1 \sim 2 \text{ V}$ を超えると、分析に悪影響が開始する。

そこで、本発明は、一次イオン 2 をパルスの照射し表面電位 V の上昇を抑制する。例えば上記の例の場合、電流 1 が 1 nA のときは一次イオン 2 のパルス幅を 10^{-8} 秒に、 10 nA のときは 10^{-9} 秒にすれば、表面電位 V を 2 V に抑えることができる。この場合、パルス間隔を十分に長くとり、試料 1 の表面に蓄積された電荷の放電を十

分に行うことは勿論である。

次に、第5図を参照して本発明の一実施例を説明する。図において、12は一次イオン発生手段であり、一次イオン2を連続的に発生するものである。この一次イオン2は、シャッタ13によつてパルス状の一次イオン2aに変換され、試料1に照射される。ここで、シャッタ13は電氣的シャッタでも、機械的シャッタでもよく、要は連続的な一次イオン2をパルス状の一次イオン2aに変換できるものであればよい。そして、一次イオン2aのパルス幅はシャッタ13の開放時間 t と等しく、試料1を流れる電流 i （これは前述したように一次イオン2aによる電流とみなせる）と前記開放時間 t との積 $i \times t$ が定数以下になるように開放時間 t を定める。本実施例においては、電流 $i = 1 \mu A$ と開放時間 $t = 10^{-8}$ 秒との積 1×10^{-11} クーロンを前記定数としている。

さて、パルス状の一次イオン2aによつて、試料1からはパルス状の二次イオン3aが放出される。この二次イオン3aは飛行時間形質量分析計

4aに導入されて分析され、質量分析計4aからは質量スペクトル5aが出力される。そして、この質量スペクトル5aに基づいて試料1の組成分析が行われる。

このような構成において、一次イオン2aのパルス間隔を十分に長くとれば、一次イオン2aの前回パルスの照射によつて試料1に蓄積された電荷が放電されてから、次のパルスによる照射がなされるので、試料1の表面電位 V を低く（2V以下に）保つことができ、正確な質量分析を行うことができる。

以上説明したようにこの発明は、一次イオンをパルス化して試料を照射するようにしたので、試料表面の帯電が抑制され、表面電位が上昇しないため、質量分析が正常に遂行される利点が得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の二次イオン質量分析計の動作原理を説明するための概略図、第2図(a)は絶縁試料1に一次イオン2が入射しているときの概要を示

す断面図、同図(b)は(a)の電氣的等価回路図、同図(c)は表面電位 V の時間的变化を示すグラフ、第3図(a)は蓄積電荷の放電を説明するための等価回路図、同図(b)は放電時の表面電位 V の時間的变化を示すグラフ、第4図は一次イオン照射による溶融石英板の表面電位 V の時間的变化を示すグラフ（実線は一次イオン照射時、点線は放電時）、第5図は本発明の一実施例の構成を示す概略図である。

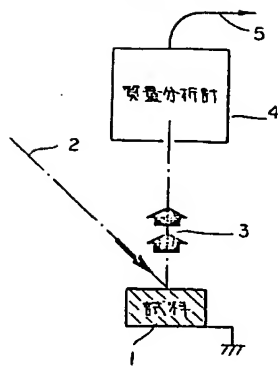
1…… 試料、2…… 一次イオン、2a…… パルス状の一次イオン、3、3a…… 二次イオン、12…… 一次イオン発生手段、13…… シャッタ（変換手段）。

出願人 日本電信電話公社

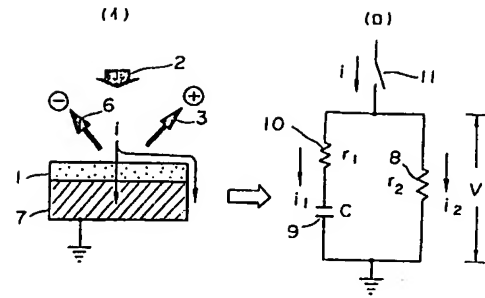
代理人 弁理士 志賀正武



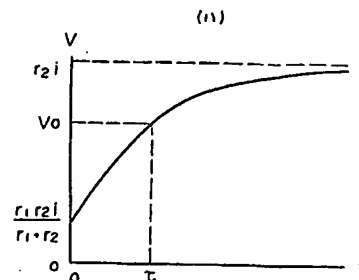
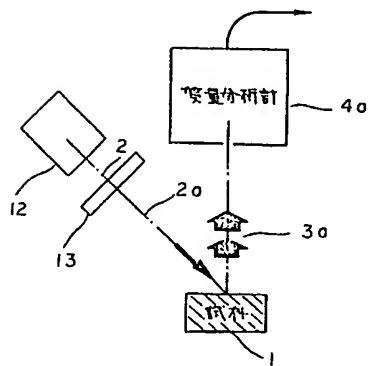
第 1 図



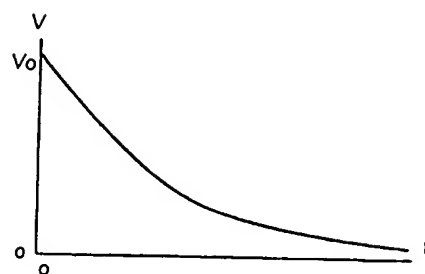
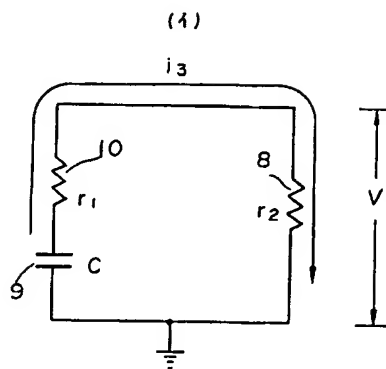
第 2 図



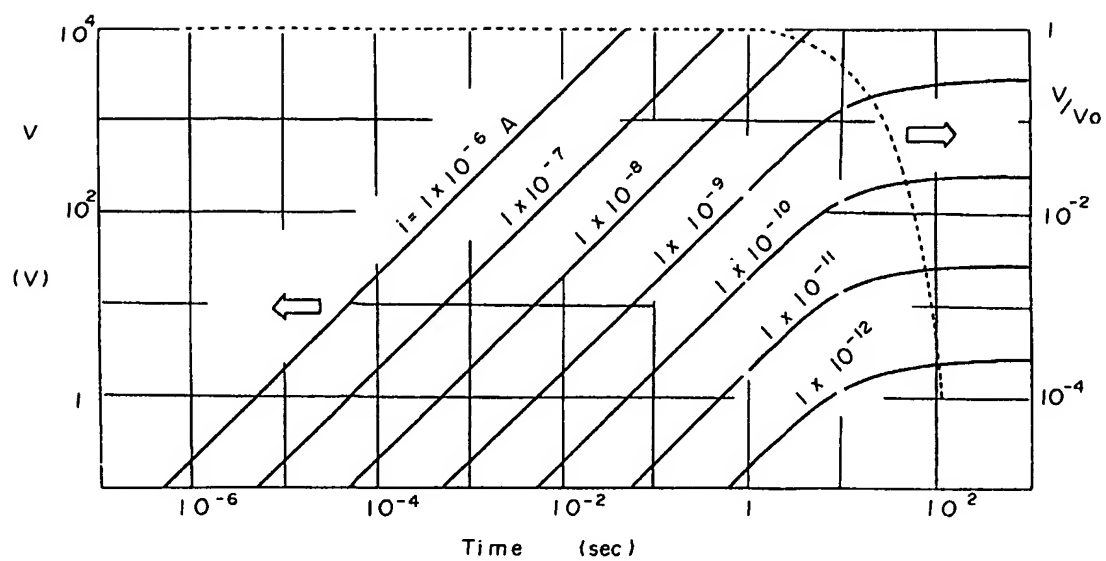
第 5 図



第 3 図



第4図



This Page Blank (usp10)